

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑬ 日本国特許庁 (JP)
 ⑭ 公開特許公報 (A)

⑮ 特許出願公開
 昭58—144174

⑯ Int. Cl.³
 D 06 M 13/46
 13/36

識別記号

庁内整理番号
 7107—4L
 7107—4L

⑰ 公開 昭和58年(1983)8月27日

発明の数 1
 審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑱ 柔軟化基剤

⑲ 特 願 昭57—25432

⑳ 出 願 昭57(1982)2月19日

㉑ 発 明 者 山田幸一
 佐倉市上志津1073—40

㉒ 発 明 者 佐々木久美
 横浜市保土ヶ谷区天王町2—50
 —1

㉓ 発 明 者 杉山豊樹

四街道市下志津新田2545—292

㉔ 発 明 者 佐藤道人

横浜市戸塚区前田町511番地2

㉕ 出 願 人 ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

㉖ 代 理 人 弁理士 箱田篤

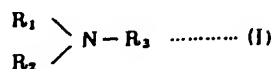
明 細 書

1. 発明の名称

柔軟化基剤

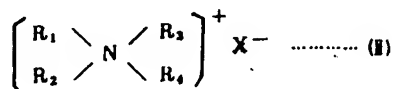
2. 特許請求の範囲

1. (A)炭素数12~24のアルキル基またはアルケニル基を分子内に2個有する第4級アンモニウム塩と、(B)一般式(I)



(式中、 R_1 は炭素数12~50のアルキル基またはアルケニル基、 R_2 は炭素数30~50のアルキル基またはアルケニル基、 R_3 は炭素数1~3のアルキル基またはヒドロキシアルキル基を示す。)

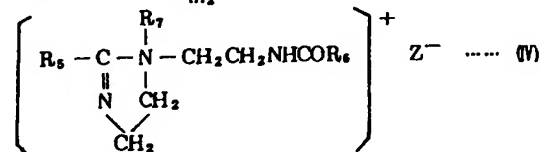
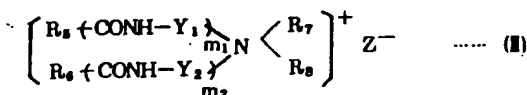
で表わされる第3級アミン若しくはその塩及び／または一般式(II)



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 は前記と同じ意味を有し、 R_4 は炭素数1~3のアルキル基またはヒドロキシアルキル基、 X^- は1価のアニオンを示す。)

で表わされる第4級アンモニウム塩とを含有してなる柔軟化基剤。

2. 成分(A)が一般式(III)または(IV)



(式III、IV中、 R_5 、 R_6 はそれぞれ炭素数12~24のアルキル基、 β -ヒドロキシアルキル基またはアルケニル基、 R_7 、 R_8 はそれぞれ炭素数1~3のアルキル基若しくはヒドロキシアルキル基、またはベンジル基、 $(C_2H_4O)_nH$ ($n=1\sim5$)で示される基、 Y_1 、 Y_2 はそれぞれエチレン基またはプロピレン基、

m_1, m_2 は 0 または 1 の数、Z はハロゲンまたは炭素数 1~3 のモノアルキル硫酸基を示す。)

で表わされるものである特許請求の範囲第 1 項記載の柔軟化基剤。

3. 成分(B)が β 位に分枝鎖を有する炭素数 30~50 のアルキル基若しくはアルケニル基を分子内に 1 個または 2 個有するものである特許請求の範囲第 1 項記載の柔軟化基剤。

4. 成分(A) 100 重量部に対して成分(B)の含有量が 0.005~5 重量部の範囲内にある特許請求の範囲第 1 項ないし第 3 項記載の柔軟化基剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は液状の繊維用、衣料用の柔軟剤やヘアーリンス剤等の有効成分として用いられる柔軟化基剤に関するものである。さらに詳しくは本発明に係る柔軟化基剤を用いることにより、すぐれた柔軟性が発現されるとともに、液状柔軟剤の分散安定性、粘度の経時変化、凍結復元性を向上し得るものである。

が低下し、柔軟性が十分発現されない。一方、第 4 級アンモニウム塩に低級アルコールを加えホモジナイザーなどを用いて高剪断力を加えて水に分散させる方法(特開昭 50-69399 号)や長鎖アルキルアルコールを添加する方法(特開昭 50-105997 号)を用いても、すぐれた粘度の経時安定性及び凍結復元性は得られない。

従つて、本発明の目的はすぐれた柔軟性を有し、液状柔軟剤の粘度の経時変化、凍結復元性を向上し得る柔軟化基剤を提供するものである。かかる本発明の目的は、炭素数 12~24 のアルキル基またはアルケニル基を分子内に 2 個有する第 4 級アンモニウム塩が水中で層状ラメラ構造をとり、その二次凝集体、三次凝集体が形成されるとテクストロピー性を有する粘度を有するようになるが、この分散系に炭素数 30~50 という極めて長いアルキル基(アルケニル基)を分子内に 1 個若しくは 2 個有する第 3 級アミンまたは第 4 級アンモニウム塩が適量存在すると、これらが前記ラメラ構造を乱す結果、凝集体の形成が抑制され、粘度の

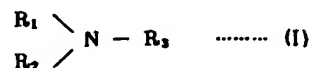
衣料用柔軟剤やヘアーリンス剤などの有効成分である柔軟化基剤としては、繊維間や毛髪間の摩擦力を減らす効果及び風合の点から、ジステアリルジメチルアンモニウム塩などの分子内に炭素数 12~24 のアルキル基またはアルケニル基を 2 個有する第 4 級アンモニウム塩型のカチオン界面活性剤が多く用いられている。そしてこれらは通常水性媒体中に分散した状態で使用されている。

しかしながら、これらの分散液は満足すべき液性を有していない。すなわち、高温で保存しておくと第 4 級アンモニウム塩が凝集し粘度が著しく高くなる(粘度の経時安定性)。また低温で凍結後、解凍しても元の分散状態に戻る(凍結復元性)ことが少なく、環境や使用条件に対処し得ないという欠点を有している。

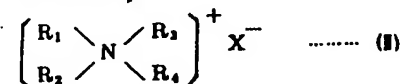
これらの液性を改良するために非イオン界面活性剤を多量に配合することが行なわれているが、粘度の経時安定性は改良しえない。また非イオン界面活性剤が第 4 級アンモニウム塩に作用する結果、第 4 級アンモニウム塩の繊維に対する付着量

経日安定性、凍結復元性が向上するとの知見に基づくものである。

すなわち、本発明は、(A)炭素数 12~24 のアルキル基またはアルケニル基を分子内に 2 個有する第 4 級アンモニウム塩と、(B)一般式(I)

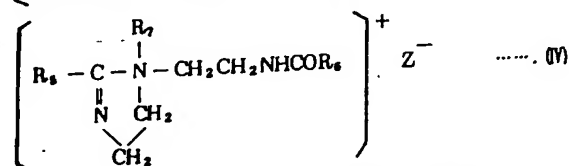
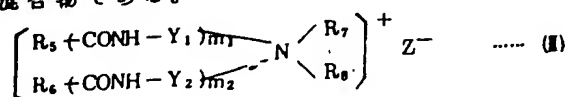


(式中、 R_1 は炭素数 12~50 のアルキル基またはアルケニル基、 R_2 は炭素数 30~50 のアルキル基またはアルケニル基、 R_3 は炭素数 1~3 のアルキル基またはヒドロキシアルキル基を示す。)で表わされる第 3 級アミン若しくはその塩及び/または一般式(II)



(式中、 R_1, R_2, R_3 は前記と同じ意味を有し、 R_4 は炭素数 1~3 のアルキル基またはヒドロキシアルキル基、 X^- は 1 価のアニオンを示す。)で表わされる第 4 級アンモニウム塩とを含有してなる柔軟化基剤を提供するものである。

本発明の(A)成分である第4級アンモニウム塩は、例えば次の一般式(III)、(IV)で表わされる炭素数12~24のアルキル基またはアルケニル基を分子内に2個有するアンモニウム塩、アミドアンモニウム塩、イミダゾリニウム塩等の1種または2種以上の混合物である。

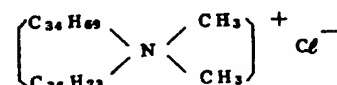
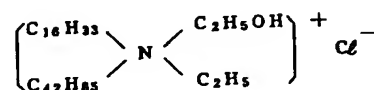
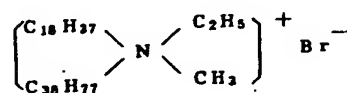
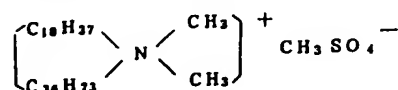
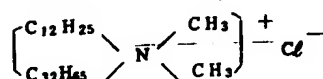
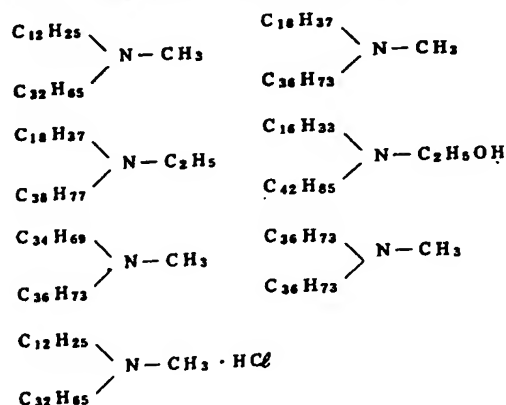


(式III、IV中、 R_5 、 R_6 はそれぞれ炭素数12~24のアルキル基、 β -ヒドロキシアルキル基またはアルケニル基、 R_7 、 R_8 はそれぞれ炭素数1~3のアルキル基若しくはヒドロキシアルキル基、またはベンジル基、 $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{H}$ ($n=1\sim5$)で示される基、 Y_1 、 Y_2 はそれぞれエチレン基またはプロピレン基、 m_1 、 m_2 は0または1の数、 Z はハロゲンまたは炭素数1~3のモノアルキル硫

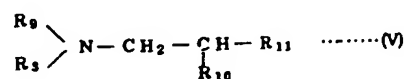
酸基を示す。)

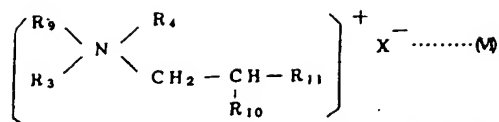
具体的には、ジラウリルジメチルアンモニウムクロライド、ジバルミチルメチルヒドロキシエチルアンモニウムエチルサルフェート、ジ水素添加牛脂アルキルジメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルメチルポリオキシエチレン(平均重合度5モル)アンモニウムクロライド、ジ水素添加牛脂アルキルエチルベンジルアンモニウムメチルサルフェート、ジテトラコシルジメチルアンモニウムクロライド、ジ[(2-ドデカノイルアミノ)エチル]ジメチルアンモニウムクロライド、ジ[(2-オクタデカノイルアミノ)プロピル]ジメチルアンモニウムエチルサルフェート、2-ヘプタデシル-1-メチル-1-[(2-オクタデカノイルアミノ)エチル]イミダゾリニウムエチルサルフェート、2-ヘキサデシル-1-メチル-1-[(2-ヘキサデカノイルアミノ)エチル]イミダゾリニウムクロライドなどの1種または2種以上の混合物である。

本発明の(B)成分は前記一般式(I)で表わされる第3級アミン若しくはその塩及び前記一般式(II)で表わされる第4級アンモニウム塩の1種または2種以上の混合物である。具体的には、



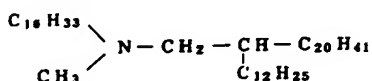
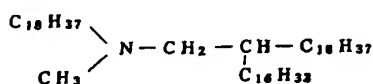
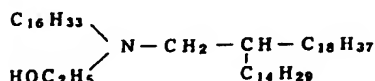
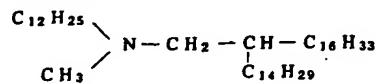
などが例示される。分子内のアルキル基またはアルケニル基は直鎖状でも分枝鎖を有するものであっても良い。式(I)、(II)中、分散安定性の点から、 β 位に分枝鎖を有する炭素数30~50のアルキル基若しくはアルケニル基を分子内に1個または2個有するものが好ましく、特に下記一般式(V)及びその塩、(VI)で表わされるものが好ましい。





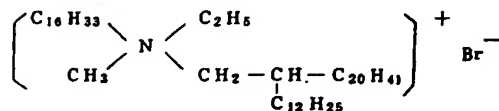
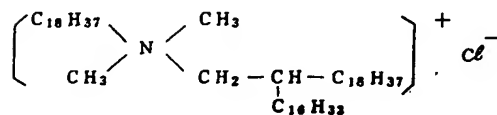
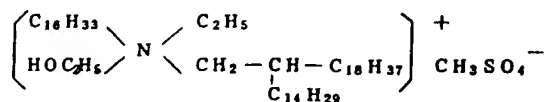
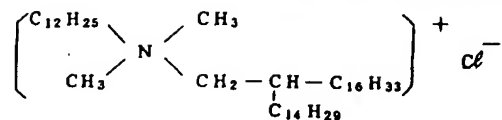
(式中、 R_3 、 R_4 、 X は、前記と同じ意味を有し、 R_9 、 R_{10} 、 R_{11} は、それぞれ炭素数12~26のアルキル基またはアルケニル基であり、かつ R_{10} と R_{11} の炭素数の合計は28~48〔好ましくは30~42〕の範囲内にある。)

具体的には、



尚、アミン塩としては、塩酸塩、硫酸塩、リン酸塩、ギ酸塩、酢酸塩、プロピオン酸塩、乳酸塩、修酸塩、モノメチル硫酸塩などが使用でき、第4級アンモニウム塩の X^- としては通常の1価のアニオンであるが、塩素、臭素などのハロゲンイオン、炭素数1~3のモノメチル硫酸イオンが好ましい。

本発明の柔軟化基剤においては、成分(A)100重量部に対して成分(B)の含有量が0.005~5重量部、好ましくは0.05~3重量部の範囲が望ましい。また本発明の柔軟化基剤を液体柔軟剤、ヘアーリンス剤とする場合、成分(A)と(B)の合計配合量は任意とすることができるが、柔軟性、風合いなどの点から0.1~20重量部、特に好ましくは1~10重量部となるようにするのが望ましい。また液体状とするための補助成分として、粘度調整などからポリオキシエチレン($\bar{P}=4\sim50$)アルキル($C_8\sim22$)エーテル、ポリオキシエチレン($\bar{P}=5\sim50$)アルキル($C_8\sim12$)フェニルエーテル、ポリオキシエチレン



が例示される。尚、 R_9 として、水添牛脂アルキル基、ヤシアルキル基も好ましく使用できる。一般式(M)、(M')で表わされる化合物は、オキシ法またはガーベット法により製造した β 位に分枝鎖を有するアルコールをハライド化反応後、常法により第3級アミン、第4級アンモニウム塩として容易に製造される。

($\bar{P}=3\sim30$)ソルビタン脂肪酸エステルなどの非イオン界面活性剤、セチルアルコールなどの高級アルコール、エタノールなどの低級アルコール、尿素、無機塩などを少量添加することができる。尚、前記 \bar{P} はエチレンオキシドの平均重合度、 C は炭素数を示す(以下においても同じ)。さらに合成繊維に対する柔軟性を向上させるために、アルキルベンゼンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩、脂肪酸石鹼などのアニオン界面活性剤を、柔軟化基剤/アニオン界面活性剤のモル比が90/10~52/48の範囲内となるように添加することができる。ヘアーリンス剤として用いるときは、高級アルコール、シリコン類、炭化水素、セルロース誘導体などを配合することができる。このほか、エチレングリコール、プロピレングリコールなどのヒドロトロブ剤、殺菌剤、顔料、染料、香料、蛍光増白剤などを適宜配合することができる。

本発明の柔軟化基剤を用いた衣料用柔軟剤によれば、前記目的を達成しうる様に、ポリエステル、ポリアミド、ポリアクリル繊維などの合成繊維に対してすぐれた柔軟性と帯電防止性をも付与できるものである。

次に実施例により本発明を詳述する。

実施例 1

各種配合物の組成及び性能を表-1に示す。なお組成物は下記の方法により調製し、性能を評価した。

○組成物の調製方法

柔軟化基剤以外の成分を50°C以上の水に溶解しておき、攪拌しながら柔軟化基剤の熔融混合物を滴下し、均一分散させた後室温まで冷却する。

○粘度の経日安定性

調製後、25°Cで1日放置した後の粘度をブルックフィールド型粘度計で測定する(粘度 a_1 cp)。次に40°Cに30日間放置した後、同様の手順で25°Cにおける粘度を測定する

(粘度 a_2 cp)。この粘度差($a_2 - a_1$) cpを経日安定性の指標とした。cpはセンチポイズの略である。

○凍結復元性

調製後、25°Cで1日放置したものを-20°Cで1昼夜凍結保存し、しかるのちに25°Cで解凍させ凍結前の分散状態が得られるか否かを調べた。凍結前の分散状態にもどったものを○で示し、他は解凍後の状態を記載した。

○柔軟性

綿タオル、ナイロン布を調整物の0.067%水溶液で処理し、柔軟化基剤の成分(B)を含まない対応する調整物を用い同一条件で処理したものと、一対比較を行なった。

配合物	本発明品					比較例				
	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
ジ水素添加牛脂アルキルメチルヒドロキシエチルアンモニウムメチルサルフェート										
ジ[(2-エトキシエチル)エチル]ジメチルアンモニウムクロライド										
2-ヘキサデシル-1-メチル-1-イミダゾリニウムクロライド										
$C_{18}H_{37}$ $N-CH_2-CH-C_{18}H_{37}$ $C_{18}H_{33}$	0.001	0.05			0.005	0.02				
$C_{18}H_{37}$ $N-CH_2-CH-C_{18}H_{37}$ $C_{18}H_{33}$			0.05	0.02			0.05			
ポリオキシエチレン($\bar{P}=40$)ノニルフェニルエーテル	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
水	500	320	350	400	350	450	1370	1050	1020	
粘度の経日安定性 (Δ cp)										
凍結復元性										

表中の配合量は、すべて重量である(以下の実施例においても同じ)。

表-1より、本発明品は比較例に比べ明らかに粘度の経日安定性及び凍結復元性にすぐれていることがわかる。また本発明品の柔軟性は、(B)成分を含有しない比較例に比べ、綿タオルでは同等、ナイロン布では若干すぐれた性能を示した。

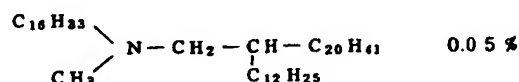
実施例 2

実施例 1 と同様の方法により、衣料用柔軟剤組成物(I~V)を調製し、性能を測定した。

(組成物 I)

ジ水素添加牛脂アルキルメチルヒドロキシエチルアンモニウムメチルサルフェート

6%



ステアリン酸カリウム 1.5%

ポリオキシエチレン($\bar{P}=50$)ラウリルエーテル 0.5%

着色剤、香料 +

水 バランス

(組成物 I)

ジ水素添加牛脂アルキルメチルヒドロキシ エチルアンモニウムメチルサルフェート	5%
$\begin{array}{c} \text{C}_{18}\text{H}_{37} \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{N}-\text{CH}_2-\underset{\text{C}_{14}\text{H}_{29}}{\text{CH}}-\text{C}_{18}\text{H}_{37} \cdot \text{HCl}$	0.02%
ステアリン酸ナトリウム	1.5%
ポリオキシエチレン ($\bar{P}=40$) ラウリルエーテル	0.5%
水	バランス

(組成物 II)

ジ水素添加牛脂アルキルメチルベンジルア ンモニウムクロライド	7%
$\left[\begin{array}{c} \text{C}_{18}\text{H}_{37} \\ \text{C}_{36}\text{H}_{73} \end{array} \text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+ \text{CH}_3\text{SO}_4^-$	0.1%
ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ	3.3%
尿素	5%
エチレングリコール	3%
水	バランス

(組成物 IV)

ジ水素添加牛脂アルキルメチルベンジルア ンモニウムクロライド	5%
$\left[\begin{array}{c} \text{C}_{36}\text{H}_{73} \\ \text{C}_{36}\text{H}_{73} \end{array} \text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]^+ \text{Cl}^-$	0.05%
ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ	3.3%
エチレングリコール	3%
尿素	5%
水	バランス

(組成物 V)

ジバルミチルメチルポリオキシエチレン ($\bar{P}=5$) アンモニウムクロライド	1%
$\left[\begin{array}{c} \text{C}_{12}\text{H}_{25} \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{N} \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_2-\underset{\text{C}_{14}\text{H}_{29}}{\text{CH}}-\text{C}_{16}\text{H}_{33} \end{array} \right]^+ \text{Cl}^-$	0.003%
ヤシ脂肪酸ジエタノールアミド	0.5%
エタノール	3%
ポリオキシエチレン ($\bar{P}=40$) ノニルフェニルエーテル	0.2%
水	バランス

これらの組成物の性能を表-2に示す。

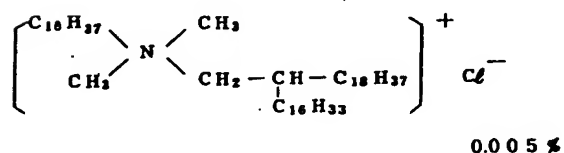
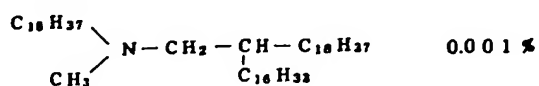
表 - 2

組成物	I	II	III	IV	V
粘度の経日安定性 (Δcp)	550	380	330	420	250
凍結復元性	○	○	○	○	○

なお組成物 I ~ IV は、綿タオル、ナイロン布
に対してすぐれた柔軟性を示した。また組成物
V をスプレーガン付き容器に入れ、衣料にスプ
レーしたところ、すぐれた帯電防止効果が得ら
れた。

実施例 3

ジ水素添加牛脂アルキルジメチルアンモニウ
ムクロライド



セチルアルコール	1.5%
水添ラノリン	0.5%
ステアリン酸モノグリセライド	4%
プロピレングリコール	3%

残部水よりなるヘアーリンス剤を調整し、そ
の性能を評価した。粘度の経日安定性 (Δcp)
は 135 cp、凍結復元性は ○ と良好であり、ヘ
アーリンス処理した毛髪は、光沢、風合いも良
く梳通りもなめらかであった。

特許出願人 ライオン株式会社

代理人 箱田 篤

Output

Format: Long

Output as: Browser

display/send

Modify

refine search

back to picklist

all none

Records 1-3 of 3 In long Format

☐ 1. 4/34/1 (Item 1 from file: 351)

003783640

WPI Acc No: 1983-779867/ 198340

Base material for softening agent e.g. for textiles, hair
rinses - contg. specified mixt. of tert. amine(s) and quat. ammonium
salts

Patent Assignee: LION CORP (LIOY)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 58144174	A	19830827	JP 8225432	A	19820219	198340 B
JP 85044428	B	19851003				198544

Priority Applications (No Type Date): JP 8225432 A 19820219

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 58144174	A	6		

Abstract (Basic): JP 58144174 A

Base material contains (A) quat. ammonium salt having two 12-24C alkyl or alkenyl gp. in the mol and (B) tert. amine of formula R₁R₂N-R₃ (I) or its salt and/or quat. ammonium salt of formula R₁R₂R₃R₄N+X(-) (II) in the A:B ratio of 100:0.005 to 5 by wt. where R₁ is 12-50C alkyl or alkenyl; R₂ is 30-50C alkyl or alkenyl; R₃ is 1-3C alkyl or hydroxyalkyl gp., R₄ is 1-2C alkyl or hydroxyalkyl gp.; X(-) is univalent anion.

(A) is e.g. ammonium salt, amide ammonium salt and imidazolinium salt of formulas (III) and (IV) or their mixt. where R_{5,6} are each 12-24C alkyl, beta-hydroxyalkyl or alkenyl gp.; R_{7,8} are each 1-3C alkyl, hydroxyalkyl, benzyl or (C₂H₄O)_m (n is 1-5); Y_{1,2} are each ethylene or propylene gp.; m_{1,2} are 0 or 1; Z is halogen or 1-3C monoalkyl sulphate gp. (B) is has 1 or 2 30-50C alkyl or alkenyl gp. with branched chain at site beta, in the mol. (A) and (B) are added to textile softener, hairrinse, etc. in liquid in an amount of 0.1-20 wt.% in total.

The base material shows excellent softening effect, improved dispersion stability, reduced change in viscosity with time and good freeze-thaw stability.

0/0

Derwent Class: A87; A96; E19; F06

International Patent Class (Additional): D06M-013/46

Derwent WPI (Dialog® File 351): (c) 2003 Thomson Derwent. All rights reserved.

☐ 2.

4/34/2 (Item 2 from file: 347)

01206774 SOFTENER BASE AGENT

Pub. No.: 58-144174 A]

Published: August 27, 1983 (19830827)

Inventor: YAMADA KOICHI

SASAKI HISAMI

SUGIYAMA TOYOKI

SATO MICHITO

Applicant: LION CORP [000676] (A Japanese Company or Corporation), JP (Japan)

Application No.: 57-025432 [JP 8225432]

Filed: February 19, 1982 (19820219)

International Class: [3] D06M-013/46; D06M-013/36

JAPIO Class: 15.9 (FIBERS -- Other); 14.4 (ORGANIC CHEMISTRY -- Medicine)

JAPIO Keyword: R502 (TEXTILES -- Flexible, Smooth Fibers)

JAPIO (Dialog® File 347): (c) 2003 JPO & JAPIO. All rights reserved.

☐ 3.

4/34/3 (Item 3 from file: 345)

4329093

Basic Patent (No, Kind, Date): JP 58144174 A2 830827

PATENT FAMILY:

JAPAN (JP)

Patent (No, Kind, Date): JP 58144174 A2 830827

SOFTENER BASE AGENT (English)

Patent Assignee: LION CORP

Author (Inventor): YAMADA KOICHI; SASAKI HISAMI; SUGIYAMA TOYOKI;

SATOU MICHITO

Priority (No, Kind, Date): JP 8225432 A 820219

Applic (No, Kind, Date): JP 8225432 A 820219

IPC: * D06M-013/46; D06M-013/36

CA Abstract No: * 100(12)087693H

Derwent WPI Acc No: * C 83-779867

Language of Document: Japanese

Patent (No, Kind, Date): JP 85044428 B4 851003

Priority (No, Kind, Date): JP 8225432 A 820219

Applic (No, Kind, Date): JP 8225432 A 820219

IPC: * D06M-013/46; D06M-013/36

Language of Document: Japanese

Inpadoc/Fam. & Legal Stat (Dialog® File 345): (c) 2003 EPO. All rights reserved.

Select
all none

Records 1-3 of 3 In long Format

Output

Format: Long

Output as: Browser

display/send